

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-229820

(43)Date of publication of application : 07.09.1993

(51)Int.Cl.

C01G 1/00

C01G 3/00

H01B 13/00

H01L 39/24

(21)Application number : 03-049778

(71)Applicant : KOKUSAI CHODENDO SANGYO  
GIJUTSU KENKYU CENTER  
SHIKOKU ELECTRIC POWER CO  
INC  
NIPPON STEEL CORP

(22)Date of filing : 14.03.1991

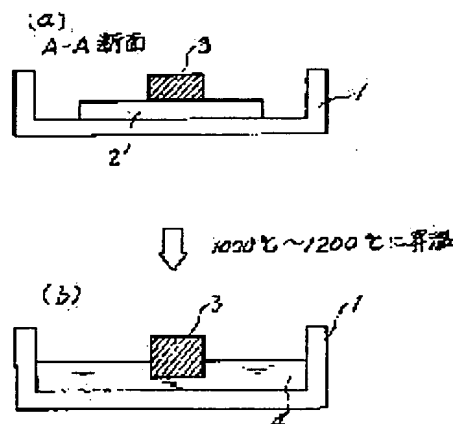
(72)Inventor : KOYAMA HISAJI  
MURAKAMI MASAHIITO  
KOSHIZUKA NAOKI  
TANAKA SHOJI

## (54) PRODUCTION OF OXIDE SUPERCONDUCTOR

## (57)Abstract:

PURPOSE: To prevent the generation of strain in an oxide superconductor by placing a formed raw material powder for oxide superconductor on Ag or Ag<sub>2</sub>O, heating to a temperature above the melting point of Ag and heat-treating the formed raw material powder in a state floating on the molten Ag.

CONSTITUTION: Raw materials for an REBaCuO-type oxide superconductor such as RE<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (rare earth metal oxide such as Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), BaCO<sub>3</sub> and CuO, etc., are mixed at prescribed compositional ratios and the mixture is calcined. The calcination product is melted by heating at a specific temperature, cooled, crushed and formed to a prescribed form. A receiving pan 1 made of a metal infusible at the Ag-treating temperature (e.g. Ni) is placed in a furnace, an Ag or Ag<sub>2</sub>O plate 2 is placed on the receiving pan 1 and the formed powder 3 is placed on the plate, floated on molten Ag 4 and heat-treated at 1000-1200° C (above the melting temperature of Ag). The heat-treated product is slowly cooled and solidified to obtain the objective large-sized formed oxide superconductor free from crack while suppressing the generation of deformation and strain.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 31.05.1994

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 12.09.1995

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]



[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision 07-21870  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's 12.10.1995  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office



(19)日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-229820

(43)公開日 平成5年(1993)9月7日

| (51)Int.Cl. <sup>5</sup> | 識別記号 | 庁内整理番号          | F I | 技術表示箇所 |
|--------------------------|------|-----------------|-----|--------|
| C 0 1 G 1/00             |      | S 7305-4G       |     |        |
|                          | 3/00 | Z A A 7305-4G   |     |        |
| H 0 1 B 13/00            |      | 5 6 5 D 8936-5G |     |        |
| H 0 1 L 39/24            |      | Z A A Z 8728-4M |     |        |

審査請求 未請求 請求項の数1(全 7 頁)

(21)出願番号 特願平3-49778

(22)出願日 平成3年(1991)3月14日

(71)出願人 391004481

財団法人国際超電導産業技術研究センター  
東京都港区新橋5丁目34番3号 栄進開発  
ビル6階

(71)出願人 000180368

四国電力株式会社  
香川県高松市丸の内2番5号

(71)出願人 000006655

新日本製鐵株式会社  
東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(74)代理人 弁理士 田村 弘明 (外1名)

最終頁に続く

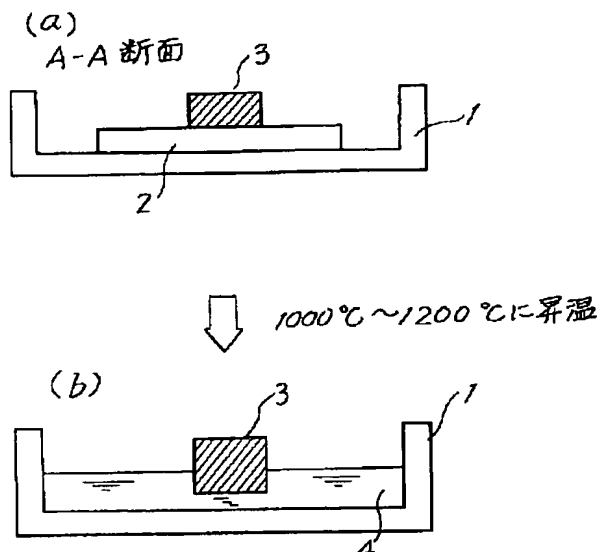
## (54)【発明の名称】 酸化物超電導体の製造方法

## (57)【要約】

【目的】 本発明は、大型バルク状にした酸化物超電導体原料粉末成形体を半熔融状態で処理する際に、歪みが付与されず、クラックが発生しない酸化物超電導体製造方法を提供する。

【構成】 従来、半熔融状態での熱処理中に、成形体がそれを支持する受皿と反応し固着するため、その冷却過程で熱膨脹係数の異なる成形体内に歪みが付与され、これが起因してクラックが発生する。特に大型正形体において顕著になる。本発明は、酸化物超電導体原料粉末の成形体を、熔融銀に浮上させて少なくとも半熔融状態で熱処理することを要旨とする。

【効果】 これにより、直径10cm以上の大型酸化物超電導体バルク材をクラックの発生なしに作成することが可能となった。





## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 酸化物超電導体の成形体を、銀の融点以上で熱処理するに際し、該成形体を熔融銀に浮上させて行うことを特徴とする酸化物超電導体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、酸化物超電導体の製造方法に関し、特に、高い臨界電流密度を保持すると共に大型バルク状にした酸化物超電導体の製造方法に係るものである。

## 【0002】

【従来の技術】REBaCuO系（RE：希土類元素）等の酸化物超電導体の発見により、液体窒素を冷媒として使用することが可能となったことから、従来では実現が難しいと考えていた応用が脚光を浴びている。中でも超電導を線材にするのではなく、バルク状のまま応用できる可能性が出てきた。例えば、磁石との反発を利用して磁気浮上が可能であることから、ベアリングやフライホイールへの応用が検討されてきている。酸化物超電導体は本来脆性材料であるため、非常に長い線材などに製造することは、折れ易いことから困難であるが、バルク状に成形可能であるならば実用化が大いに期待できる。

【0003】このことは、応用分野の拡大につながり、大型のバルク材を作ることが必要とされる、例えば磁気シールドやボア径の大きなリングマグネットに対しても適用し得るようになる。

【0004】最近、本発明者等が開発したMPMG（Melt Powdering Melt Growth）法を代表とする熔融法により、REBaCuO系材料において臨界電流密度の高さを保ったまま、大型のバルク材が作製できるようになっている。このMPMG法はY系の酸化物超電導粉末を1300～1450℃の加熱熔融し、冷却して出来成形物を粉砕し、この粉末を所定の形状に成形し、半熔融状態で加熱した後所定温度に徐冷する方法である。これにより直径3cm高さ2cm程度のバルク材料の作製が再現性よく行われ、このようなバルク材料を用いて人間を浮上させることに成功している。

【0005】更に、将来の発展を考えるとバルク材料の一層の大型化が必要になる。すなわち熔融法では、一旦熔融した原料を粉に粉砕したのち成形するというプロセスを経ているため、原理的にはいくらでも大型のバルク材料の作製が可能である。しかし、実際に直径15cm高さ2cmのバルク材料の作製を試みたが、クラックの発生が見られた。このことは、バルク材料の一層の大型化を困難にし、かつ特性の劣化をもたらすという問題を生じさせる。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】このクラックの発生は、半熔融状態で熱処理中に成形物が、自重で変形してしまうこと、および支持する基板（Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>やPt

板等が用いられる）と反応し固着するため、その冷却過程で熱膨脹係数の異なる成形物内に歪みが発生することが主原因であることがわかった。高い臨界電流密度を得るためには、半熔融状態での熱処理が不可欠であり、このような処理の歪みの発生をできるだけ抑えながら行う必要がある。本発明は、このような状況に鑑み酸化物超電導体を半熔融状態あるいは熔融状態で処理する際に、歪みをできるだけ除去し、大型の成形体をクラックなしで作成する酸化物超電導体の製造方法を提供することを目的とするものである。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は上記目的を達成するために、酸化物超電導体の成形体を、銀の融点以上で熱処理するに際し、該成形体を熔融銀に浮上させて行うことを特徴とする酸化物超電導体の製造方法を要旨とする。本発明において、成形体浮上媒体に熔融銀を用いるが、これと同効の物質に代えることは一向に支障ない。

## 【0008】

【作用】本発明においては、まず適当な原料粉を用いて酸化物超電導体の成形体を作製する。成形体は、前記したMPMG法や焼結法等の工程において既に知られている手段によって処理した微粉体を圧縮して製造することができる。その後、加熱炉内に、例えばAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>やPt、Ni等の銀の処理温度で溶解しない適当な支持基板（受皿）を敷設し、この受皿には銀あるいは酸化銀のプレートを敷き、その上に成形体を設置したのち、成形体に半熔融状態での熱処理を行う。加熱温度は銀の熔融温度以上とするが、1050～1200℃の範囲とすることが好ましい。この際、銀あるいは酸化銀（分解して銀となる）は熔融するが成形体である酸化物超電導体の方が比重が小さいため、熔融銀状に浮上したままである。その後、徐冷を行うと、銀は酸化物超電導体と基板間に介在したまま固体となるが、酸化物超電導体とは反応しないため、酸化物超電導体を取り出すことが可能である。

【0009】この方法によれば熔融状態でもほとんど酸化物超電導体には歪みがかからない上、均熱性も高まることになる。さらに、銀と反応しないので固相領域での基板との固着によるクラックの発生が起らない。さらに、銀をうまく利用すれば応用段階において熱的および磁氣的な安定化材として働く上、例えばフライホイール用の台座を直接作製することも可能となる。

【0010】この様に、本発明により従来困難とされていた直径10cm以上のバルク材をクラックの発生なしに作成することが可能となる。

## 【0011】

【実施例1】Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、BaCO<sub>3</sub>、CuOをY：Ba：Cuの比が1：8：2.4：3.4となるように混合し、920℃で24h仮焼を行ったのち、1400℃



で20分溶融後冷却した。この溶融体を粉砕し粉末としたのち、直径約15cm 高さ2cmの円盤を2個成形した。これを、1個はPt製のプレートの上に、1個はNi性の金属皿に銀プレートを敷いた容器の上に置き、1100℃で20分加熱後、1000℃まで1時間で冷却後1℃/hで900℃まで冷却してから炉冷した。Pt板上の試料では、表面に多数のクラックが発生したが、銀上で作製した試料ではクラックが発生しなかった。また、直径3cm表面磁界4000ガウスの磁石を用いて、液体窒素で冷却した酸化物超電導体から高さ1cmでの磁気反発力を測定したところ、クラックのある試料では3kg、銀上で処理した試料では20kgを記録した。

【0012】

【実施例2】実施例1で用いた溶融体粉末を長さ10cm 内径1cm 外径2cmの銀パイプにつめ圧縮成形する。これをNi製の金属皿に置いて、1100℃で20分加熱後、1000℃まで1時間で冷却し、その後1℃/hで900℃まで冷却してのち炉冷した。その後、600℃に加熱して銀を除去し、300℃で100h酸素中で熱処理した。この結果、長さ10cm 直径0.8cmの丸棒を作製できた。

【0013】この試料は77kゼロ磁場で10000A/cm<sup>2</sup>の臨界電流密度を示した。

【0014】

銀上熱処理による円盤の浮上力特性評価

| 用いたRE <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 浮上力(kg重) |        |
|-----------------------------------|----------|--------|
|                                   | 通常熱処理材   | 銀上熱処理材 |
| Ho                                | 2        | 21     |
| Dy                                | 1.6      | 18     |
| Sm                                | 1.8      | 19     |
| Yb                                | 0.8      | 15     |
| Eu                                | 2        | 20     |

【0017】

【実施例5】Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、BaCO<sub>3</sub>、CuOの原料をY:Ba:Cuの比が1.6:2.3:3.5になるように調整し、900℃で24時間空气中で仮焼した。粉砕後、直径約15cm 高さ2cmの円盤に成形した。これをステンレス性の金属皿に銀プレートを強い容器の上に置き、1050℃で30分加熱後、1000℃まで30分で冷却し、その後1℃/hで850℃まで冷却してから炉冷した。

【0018】この結果、クラックのない試料が得られ

【実施例3】実施例1で用いた溶融体粉末を用いて直径3cm 高さ2cmのペレットを10個作製し、Ni製金属皿中の銀プレート上に置いた。その後1100℃で20分加熱後1000℃まで1時間で冷却し、その後900℃まで1℃/hで徐冷後、炉冷した。このようにして作製した銀と酸化物超電導体の複合体を分離せず、さらに上から溶融銀を流し込み、酸化物超電導体の表面がでるようなプレートを作製した。全体を300℃で100h酸素中で熱処理した。このプレートを液体窒素温度で冷却し、円形磁石の上に置くと、自由に回転した。これは、ベアリングおよびフライホイールとして機能することを示している。

【0015】

【実施例4】実施例1で用いたY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の代りに、Ho<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Dy<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Eu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を用いて実施例1と同様に円盤を作製した。銀を用いて半溶融加熱を行った銀上処理材（本発明材）と銀を用いない通常処理材について、実施例1と同様にして磁気反発力を測定し、その結果を表1に示した。表1から明らかのように示したように本発明材は全てで顕著な効果が認められた。

【0016】

【表1】

た。直径3cm 表面磁界4000Gの磁石を用いて、液体窒素に浸漬した上記試料の反発力を測定したところ1mm高さで10kgを記録した。

【0019】

【発明の効果】以上のように本発明によれば、半溶融状態での熱処理中に成形物に、自重で変形したり、歪みが発生すること無く、従来困難とされていた直径10cm以上の大型酸化物超電導体バルク材をクラックの発生なしに作成することが可能となり、酸化物超電導体の利用、応用範囲を極めて拡大できる。



## 【手続補正書】

【提出日】平成4年4月21日

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正内容】

【書類名】明細書

【発明の名称】酸化物超電導体の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 酸化物超電導体を形成するための原料粉末成形体を銀または酸化銀に載せて銀の融点（961℃）以上で昇温し、該成形体が熔融銀に浮上している状態で該成形体を熱処理し、冷却することを特徴とする酸化物超電導体の製造方法。

【請求項2】 上記酸化物超電導体がRE-Ba-Cu-O系（REはYを含む希土類元素）である請求項1記載の酸化物超電導体の製造方法。

【請求項3】 RE<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Ba<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>、CuOを所定の混合比で混合した混合粉末を1300℃以上に加熱後冷却して、凝固した材料を得、該凝固した材料を粉砕し、成形して原料粉末成形体とする請求項1記載の酸化物超電導体の製造方法。

【請求項4】 酸化物超電導体を形成するための原料粉末成形体を銀または酸化銀に載せ、1050℃から1200℃の温度領域に加熱し、冷却することを特徴とする酸化物超電導体の製造方法。

【請求項5】 RE<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Ba<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>、CuOを所定の混合比で混合した混合粉末を1300℃以上に加熱後冷却して、凝固した材料を得、該凝固した材料を粉砕し、成形して原料粉末成形体とする請求項4記載の酸化物超電導体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、酸化物超電導体の製造方法に関し、特に、高い臨界電流密度を保持すると共に大型バルク状にした酸化物超電導体の製造方法に係るものである。

【0002】

【従来の技術】RE-Ba-Cu-O系（RE：希土類元素）等の酸化物超電導体の発見により、液体窒素を冷媒として使用することが可能となったことから、従来では実現が難しいと考えていた応用が脚光を浴びている。中でも超電導を線材にするのではなく、バルク状のまま応用できる可能性が出てきた。例えば、磁石との反発を利用して磁気浮上が可能であることから、ベアリングやフライホイールへの応用が検討されてきている。酸化物超電導体は本来脆性材料であるため、非常に長い線材などに製造することは、折れ易いことから困難であるが、バルク状に成形可能であるならば実用化が大いに期待でき

る。大型のバルク材を作ることが可能になれば、例えば磁気シールドやボア径の大きなリングマグネットに対しても適用し得るようになる。

【0003】最近、本発明者等が開発し特願平2-297937号として出願したMPMG（Melt Powdering Melt Growth）法を代表とする溶融法により、RE-Ba-Cu-O系超電導（REはYを含む希土類元素）材料において臨界電流密度の高さを保ったまま、大型のバルク材が作製できるようになっている。このMPMG法はRE<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Ba<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>、CuOの混合粉末を1300～1450℃の加熱溶融し、冷却してできる凝固体を粉砕し、所定の形状に成形し、1050℃～1200℃の半溶融状態〔RE<sub>2</sub>BaCuO<sub>5</sub>（211相）と液相の混合状態〕に加熱した後所定温度パターンで冷却してRE-Ba-Cu-O系酸化物超電導体を作製する方法である。これにより直径3cm高さ2cm程度のバルク材料の作製が再現性よく行われ、このようなバルク材料を用いて人間を浮上させることに成功している。

【0004】更に、将来の発展を考えるとバルク材料の一層の大型化が必要になる。すなわち溶融法では、一旦溶融した原料を粉に粉砕した後成形するというプロセスを経ているため、原理的にはいくらでも大型のバルク材料の作製が可能である。しかし、実際に直径15cm高さ2cmのバルク材料の作製を試みたが、クラックの発生が見られた。このことは、バルク材料の一層の大型化を困難にし、かつ特性の劣化をもたらすという問題を生じさせる。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】このクラックの発生は、1050℃～1200℃の半溶融状態での熱処理中に成形物が、自重で変形してしまうこと、および支持する基板（Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>やPt板等が用いられる）と反応し固着するため、その冷却過程で熱膨脹係数の異なる成形物内に歪みが発生することが主原因であることがわかった。高い臨界電流密度を得るためには、半溶融状態での熱処理が不可欠であり、このような処理の歪みの発生をできるだけ抑えながら行う必要がある。本発明は、このような状況に鑑み酸化物超電導体を形成するための原料粉末成形体を1050℃～1200℃の半溶融状態で熱処理する際に、歪みをできるだけ除去し、大型の酸化物超電導成形体をクラックなしで作製する酸化物超電導体の製造方法を提供することを目的とするものである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は上記目的を達成するために、酸化物超電導体を形成するための原料粉末成形体を、銀の融点以上で熱処理するに際し、該成形体を熔融銀に浮上させて行うことを特徴とする酸化物超電導体の製造方法を要旨とする。本発明において、成形体浮上媒体に熔融銀を用いるが、これと同効の物質に代え



ることは一向に支障ない。

【0007】本発明においては、まず酸化物超電導体を形成するための原料粉末成形体を作製する。これは例えば、特願平2-297937号記載のように、 $\text{RE}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Ba}_2\text{CO}_3$ 、 $\text{CuO}$ を所定の混合比で混合した混合粉末を1200℃以上に加熱し、常温まで冷却して、凝固した材料を得、これを粉砕、成形して得られる。成形体は、粉体を一軸加圧成形して製造することができる。その後、加熱炉内に図1～図2(a)、(b)に例示するように、例えば $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、PtあるいはNi等の1200℃で溶解しない適当な支持基板(受皿)1を装入し、この受皿に銀あるいは酸化銀のプレート2を敷き、その上に成形体3を載せた後、成形体に半熔融状態(211相と液相の混合状態)での熱処理を行う。加熱温度は銀の熔融温度である960℃以上とするが、1050～1200℃の範囲とすることが好ましい。この際、銀あるいは酸化銀(分解して銀となる)プレート2は熔融して受皿1中に銀の熔融池4を作るが、成形体である酸化物超電導体の方が比重が小さいため、熔融銀4上に浮上したままである。その後、徐冷を行うと、銀は酸化物超電導体と基板間に介在したまま固体となるが、酸化物超電導体とは反応しないため、酸化物超電導体を取り出すことが可能である。

【0008】

【作用】この方法によれば半熔融状態で、ほとんど成形体には歪みがかからない上、均熱性も高まることになる。さらに、銀と反応しないので固相領域での基板との固着によるクラックの発生が起こらない。さらに、銀をうまく利用すれば応用段階において熱的および磁気的な安定化材として働く上、例えばフライホイール用の台座を直接作製することも可能となる。この様に、本発明により従来困難とされていた直径10cm以上のバルク材をクラックの発生なしに作成することが可能となる。

【0009】

【実施例1】 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{BaCO}_3$ 、 $\text{CuO}$ 粉末をY:Ba:Cuのモル比が1:8:2.4:3.4となるように混合し、920℃で24h仮焼を行った後、1400℃で20分熔融後冷却して凝固体を得た。この凝固体を粉砕し約10 $\mu\text{m}$ の粉末とした後、直径約15cm高さ2cmの円盤を2個一軸加圧成形(30kg/cm<sup>2</sup>)で成形した。これを、1個はPt製のプレートの上に、1個は図1、2に示すようにNi製の金属皿1上に敷いた銀プレート2の上に置き、これらを加熱炉中に装入して1100℃で20分加熱後、1000℃まで1時間で冷却

後1℃/hで900℃まで冷却してから炉冷した。Pt板上の試料では、表面に多数のクラックが発生したが、銀上で作製した試料ではクラックが発生しなかった。また、直径3cm表面磁界4000ガウスの磁石を用いて、液体窒素で冷却した酸化物超電導体から高さ1mmでの磁気反発力を測定したところ、クラックのある試料では3kg、銀上で処理した試料では20kgを記録した。

【0010】

【実施例2】実施例1で作製した凝固体を粉砕して得た粉末を長さ10cm内径1cm外径2cmの銀パイプに詰め圧縮成形する。これをNi製の金属皿に置いて、1100℃で20分加熱後、1000℃まで1時間で冷却し、その後1℃/hで900℃まで冷却して後炉冷した。その後、成形体だけを銀から取り出し、300℃で100h酸素中で熱処理した。この結果、長さ10cm直径0.8cmの丸棒を作製できた。この試料は77kゼロ磁場で10000A/cm<sup>2</sup>の臨界電流密度を示した。

【0011】

【実施例3】実施例1で作製した凝固体を粉砕して得た粉末を用いて直径3cm高さ2cmのペレットを10個一軸加圧成形(30kg/cm<sup>2</sup>)で作製し、Ni製金属皿中の銀プレート上に置いた。その後1100℃で20分加熱後1000℃まで1時間で冷却し、その後900℃まで1℃/hで徐冷後、炉冷した。このようにして作製した銀と酸化物超電導体の複合体を分離せず、さらに上から熔融銀を流し込み、酸化物超電導体の表面がでるようなプレートを作製した。全体を300℃で100h酸素中で熱処理した。このプレートを液体窒素温度で冷却し、円形磁石の上に置くと、自由に回転した。これは、ベアリングおよびフライホイールとして機能することを示している。

【0012】

【実施例4】実施例1で用いた $\text{Y}_2\text{O}_3$ の代りに、 $\text{Ho}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Dy}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Sm}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Yb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Eu}_2\text{O}_3$ を用いて実施例1と同様に直径約15cm高さ2cmの円盤を作製した。銀を用いて半熔融加熱を行った銀上処理材(本発明材)と銀を用いない通常処理材について、実施例1と同様にして磁気反発力を測定し、その結果を表1に示した。表1から明らかなように本発明材は全てで顕著な効果が認められた。

【0013】

【表1】



## 銀上熱処理による円盤の浮上力特性評価

| 用いた $RE_2O_3$ | 浮 上 力 (kg 重) |        |
|---------------|--------------|--------|
|               | 通常熱処理材       | 銀上熱処理材 |
| H o           | 2            | 21     |
| D y           | 1.6          | 18     |
| S m           | 1.8          | 19     |
| Y b           | 0.8          | 15     |
| E u           | 2            | 20     |

【0014】

【実施例5】  $Y_2O_3$ 、 $BaCO_3$ 、 $CuO$ の原料を  $Y:Ba:Cu$  のモル比が 1.6:2.3:3.5 になるように調整し、900℃で24時間空气中で仮焼した。粉碎後、直径約15cm 高さ2cmの円盤に成形した。これをステンレス性の金属皿に銀プレートを強い容器の上に置き、1050℃で30分加熱後、1000℃まで30分で冷却し、その後1℃/hrで850℃まで冷却してから炉冷した。この結果、クラックのない試料が得られた。直径3cm 表面磁界4000Gの磁石を用いて、液体窒素に浸漬した上記試料の反発力を測定したところ1mm高さで10kgを記録した。

【0015】

【発明の効果】以上のように本発明によれば、半熔融状態での熱処理中に成形物に、自重で変形したり、歪みが発生すること無く、従来困難とされていた直径10cm以上の大型酸化物超電導体バルク材をクラックの発生なし

に作成することが可能となり、酸化物超電導体の利用、応用範囲を極めて拡大できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明方法実施するための装置の一例を示す斜視図。

【図2】(a)は図1のA-A線断面図を示す図、(b)は熱処理状態の断面を示す図である。

【符号の説明】

- 1: Ni 製金属皿
- 2: 銀プレート
- 3: 酸化物超電導体原料粉末成形体
- 4: 熔融銀池

【手続補正2】

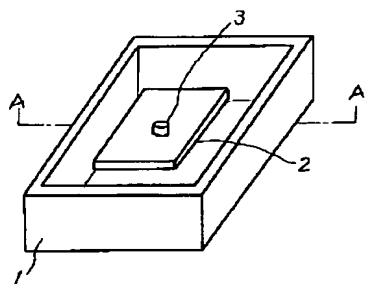
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】全図

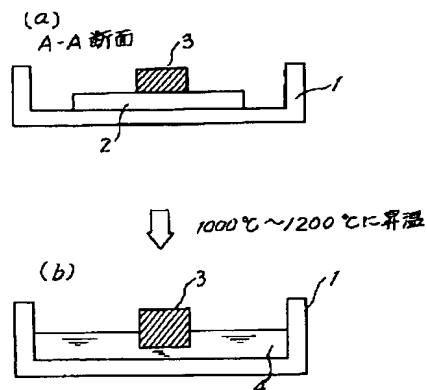
【補正方法】変更

【補正内容】

【図1】



【図2】





## フロントページの続き

(72) 発明者 小山 央二  
東京都江東区東雲 1-14-3 財団法人国  
際超電導産業技術研究センター 超電導工  
学研究所内

(72) 発明者 村上 雅人  
東京都江東区東雲 1-14-3 財団法人国  
際超電導産業技術研究センター 超電導工  
学研究所内

(72) 発明者 腰塚 直己  
東京都江東区東雲 1-14-3 財団法人国  
際超電導産業技術研究センター 超電導工  
学研究所内

(72) 発明者 田中 昭二  
東京都江東区東雲 1-14-3 財団法人国  
際超電導産業技術研究センター 超電導工  
学研究所内